

团 体 标 准

应用于极端环境的高耐温容限氮化钛陶瓷

High temperature tolerance TiN ceramic for extreme
environment applications

(征求意见稿)

2024-XX-XX 发布

2024-XX-XX 实施

中国材料研究学会发布

目 录

1 范围	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 技术要求.....	1
4.1 相对密度.....	1
4.2 弯曲强度.....	1
4.3 导热系数.....	1
4.4 线膨胀系数.....	1
4.5 表面质量.....	1
5 试验方法.....	2
5.1 相对密度.....	2
5.2 弯曲强度.....	2
5.3 导热系数.....	2
5.4 线膨胀系数.....	2
5.5 表面质量.....	2
6 检验规则.....	2
6.1 检验项目.....	2
6.2 组批.....	3
6.3 取样.....	3
6.4 检验结果判定.....	3
7 标识和质量证明书.....	3
7.1 标识.....	3
7.2 质量证明书.....	3
8 包装、运输和贮存.....	3
8.1 包装.....	4
8.2 贮存.....	4
8.3 运输.....	4
附录 A (资料性附录) TiN 陶瓷的制备工艺	0

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国材料研究学会提出。

本文件由中国材料研究学会标准认证工作委员会归口。

本文件起草单位：华中科技大学、中国机械总院集团沈阳铸造研究所有限公司、华南理工大学等

本文件起草人：李元元、李宁、赵超、王如愿、孙明翰、罗炫、赵军、刘时兵、张卫文、王智等
考虑到本文件中的某些条款可能涉及专利，中国材料研究学会不负责对其任何专利的鉴别。
本文件首次制定。

用于极端环境的高耐温容限氮化钛陶瓷

1 范围

本文件规定了用于极端环境(如高温电极、耐磨表面、熔融金属容器、高超声速推进系统组件、高温炉发热元件、高温屏蔽)的高耐温容限氮化钛陶瓷(以下简称 TiN 陶瓷)制备的技术要求、试验方法、检验规则、标识和复检要求。

本文件适用于 TiN 陶瓷的制造与检验。

2 规范性引用文件

下列文件中内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 3302 日用陶瓷器包装、标志、运输、贮存规则
- GB/T 6569 精细陶瓷弯曲强度试验方法
- GB/T 16535 精细陶瓷线热膨胀系数试验方法 顶杆法
- GB/T 17991 精细陶瓷术语
- GB/T 22588 闪光法测量热扩散系数或导热系数
- GB/T 25995 精细陶瓷密度和显气孔率试验方法

3 术语和定义

GB/T 17991 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

4 技术要求

4.1 相对密度

TiN 陶瓷的相对密度应大于等于 95%。

4.2 弯曲强度

TiN 陶瓷的室温弯曲强度应大于等于 200 MPa。

4.3 导热系数

TiN 陶瓷的室温热导率应大于等于 20 W/(m·K)。

4.4 线膨胀系数

TiN 陶瓷在室温-800℃范围内的平均线膨胀系数应小于等于 $9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 。

4.5 表面质量

- 4.5.1 TiN 陶瓷的表面不应有宏观裂纹、溶洞、渗漏、皸裂。
- 4.5.2 TiN 陶瓷表面光洁，形貌完整，不应有油污、氧化、斑点等缺陷。

5 试验方法

5.1 相对密度

密度测试应符合 GB/T 25995 的规定，相对密度按公式(1)来计算。

$$\rho = \frac{\rho_{\text{真}}}{\rho_{\text{理}}} \times 100 \quad (1)$$

式中：

- $\rho_{\text{真}}$ ——陶瓷材料的实际密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；
- $\rho_{\text{理}}$ ——陶瓷材料的理论密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；
- ρ ——陶瓷材料的致密度。

5.2 弯曲强度

5.2.1 试样尺寸要求

陶瓷弯曲强度测试试样尺寸应符合 GB/T 6569 的规定。

5.2.2 取样

制造商可自定取样规定，可从 TiN 陶瓷构件上制取样品，也可单独制出样坯，后者应与 TiN 陶瓷构件的成分、制备工艺相同。

5.2.3 设备与试验方法

弯曲试验依照 GB/T 6569 执行。

5.3 导热系数

热导率检测试验依照 GB/T 22588 执行。

5.4 线膨胀系数

线膨胀系数试验依照 GB/T 16535 执行。

5.5 表面质量

目测检验 TiN 特种陶瓷构件的表面质量。

6 检验规则

6.1 检验项目

TiN 陶瓷检验项目见表 1。

表 1 检验项目

序号	项目	技术要求	试验方法	检验类别	
				出厂检验	型式检验
1	相对密度	5.1	6.1	-	✓
2	抗弯强度	5.2	6.2	-	✓
3	导热系数	5.3	6.3	-	✓
4	线膨胀系数	5.4	6.4	-	✓
5	表面质量	5.5	6.5	✓	✓

注：“✓”表示检验项目。

6.2 组批

相同批次原材料且相同炉次生产的 TiN 陶瓷构件，每 200 件为一批。

6.3 取样

TiN 陶瓷每批任取一个试样，在陶瓷构件上取样，分别进行相对密度、抗弯强度试验、导热系数检验和线膨胀系数检验。当构件尺寸过小或构件形状无法满足检验所需试样要求时，可单独制出样坯进行相对密度、抗弯强度试验、导热系数检验和线膨胀系数检验，样坯应与 TiN 陶瓷构件的成分、制备工艺相同。

表面质量每件检验。

6.4 检验结果判定

6.4.1 任一试样的相对密度、弯曲强度、导热系数及线膨胀系数不合格时，允许从该不合格试样所在批中另取双倍数量的试样进行重复试验，重复试验结果全部合格，判该批产品合格。

6.4.2 任一 TiN 陶瓷的表面有裂纹、龟裂等影响质量的缺陷时，判该件不合格。

7 标识和质量证明书

7.1 标识

TiN 陶瓷应有清晰持久的标识。标识至少应有以下内容：

- a) 生产厂名称或商标；
- b) 生产年份；
- c) 批次号；
- d) 标准号。

7.2 质量证明书

产品出厂时应附有产品质量证明书，证明书至少应包括以下内容：

- a) 制造商名称或代号；
- b) 产品名称或型号；
- c) 出厂编号；
- d) 检验员印章。

8 包装、运输和贮存

包装、运输和贮存依照 GB/T 3302 的规定以及下列规定执行。

8.1 包装

8.1.1 纸箱包装箱内应用软物填充,并使用打包带在箱上横竖各捆扎两遍。

8.1.2 草绳包装时应先用草垫将陶瓷构件包裹,再用草绳捆扎牢固,陶瓷基体不得外露。

8.1.3 木箱包装时,木箱应用结实的木条钉牢固,包装箱内陶瓷周围空隙用软物填充或用木条稳固,防止构件移动磨损,再用木层板或竹胶板包装。

8.2 贮存

8.2.1 TiN 陶瓷构件应放在通风良好、干燥的地方。

8.2.2 TiN 陶瓷构件堆码层数不得超过 8 层且总高度不能超过 3m。

8.3 运输

8.3.1 产品运输时,应防雨、防潮,避免碰撞、磨损、重压破裂。

8.3.2 TiN 陶瓷构件在运输时堆放高度不得超过 5 层。

附录 A

(资料性附录)

TiN 陶瓷的制备工艺

A.1 概述

目前有许多方法可以制备 TiN 陶瓷，通过添加烧结助剂并进行无压烧结的方式是一种操作较为简单并且比较可靠的工艺。本附录中提供了一种通过粉末冶金无压烧结制备 TiN 陶瓷的方法。

A.2 制备工艺过程

A.2.1 工艺流程

制备工艺过程共包括混料、干燥、压制和烧结四个步骤，其工艺流程图如图 A.1 所示。

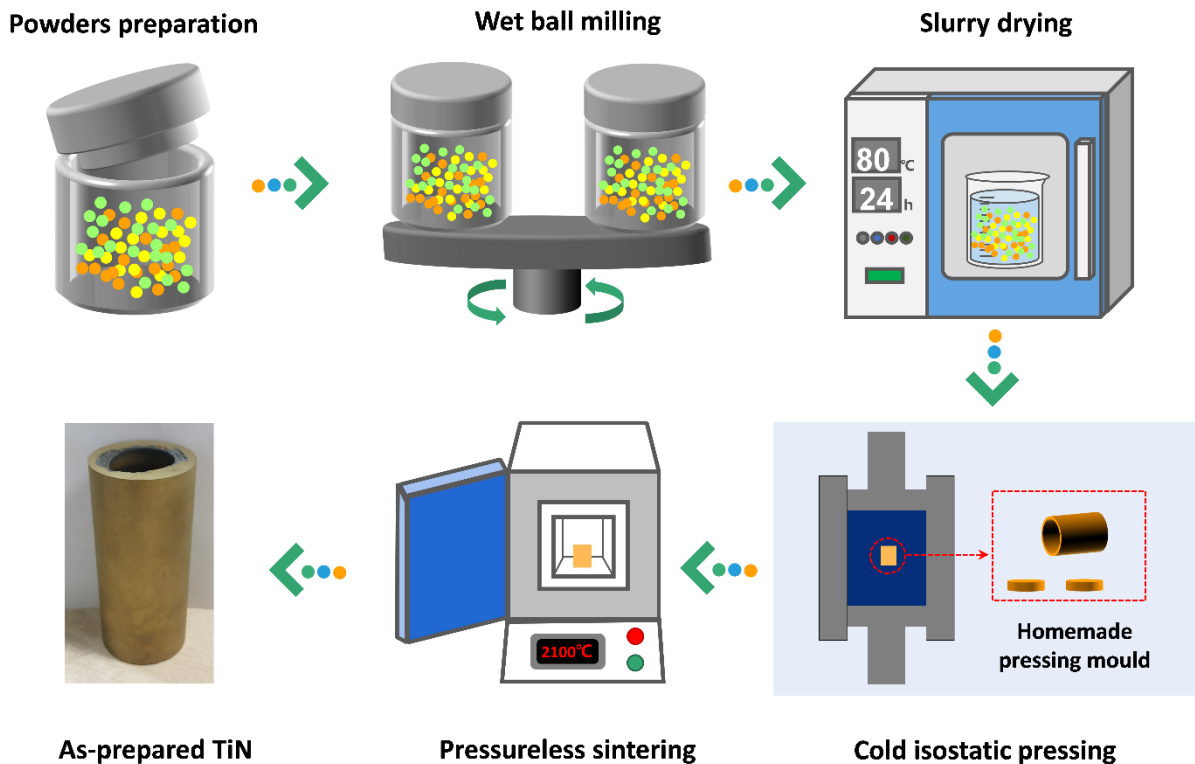


图 A.1 制备工艺流程示意图

A.2.2 混料

TiN 陶瓷制备所需原料见表 A.1。

将 TiN 粉末与复合烧结助剂粉末按照一定的比例进行混合，其中复合烧结助剂的成分为 Y_2O_3 粉末与 TiO_2 粉末，其比例为 $Y_2O_3:TiO_2=75:25$ (摩尔比)。复合烧结助剂粉末的添加量为 5wt.%-15wt.%。为使得各陶瓷粉末均匀混合，采用球磨湿混方式进行混料。球磨湿混过程中使用酒精浓度 $\geq 99\%$ 的无水乙醇作为溶剂，直径为 3-5mm 的 ZrO_2 球为球磨介质，球磨混料时间为 8h。粉料： ZrO_2 球：无水乙醇=1:1:0.15(质量比)。

表 A.1 TiN 陶瓷原料参数

类别	纯度 %	粒径 D50 μm	外观
TiN	≥ 99.9	1-3	黄褐色粉末
Y ₂ O ₃	≥ 99.9	3~4	白色粉末
TiO ₂	≥ 99.9	0.5-1	白色粉末

A. 2. 3 干燥

将混料后得到的陶瓷浆料及 ZrO₂ 磨球一同放入真空烘箱内进行干燥，去除浆料内的酒精及粉料自身的水分。烘箱温度为 80℃，干燥时间为 24h。干燥后的浆料使用筛网过筛去除 ZrO₂ 球。所用筛网目数为 60 目。

A. 2. 4 压制

将造粒所得混合粉末放入等静压模具中，在 200 MPa~280 MPa 下进行压制，即可得到陶瓷生坯。压制后生坯相对密度应在 50%以上，且表面无明显裂纹。

A. 2. 5 烧结

将陶瓷生坯放置在真空高温炉内进行无压烧结，抽真空至真空度低于 10⁻³Pa，充填高纯 Ar 气至炉内压力达到-70 kPa~-50 kPa。加热至 2100 ℃~2200 ℃，保温 2 h~6 h 后停止加热，自然冷却至室温。